

10/069002  
日本国特許庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

PCT/JP00/05737

25.08.00

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application:

1999年 8月27日

REC'D 13 OCT 2000

WIPO

PCT

出願番号  
Application Number:

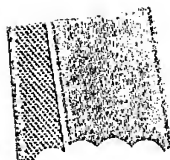
平成11年特許願第242188号

出願人  
Applicant(s):

三井化学株式会社

JP 00/05737

4



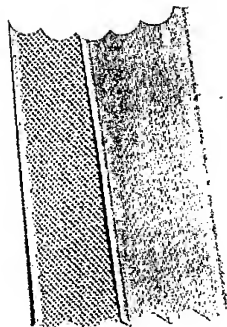
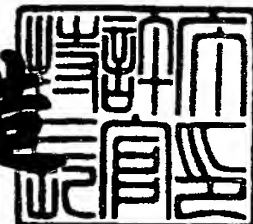
PRIORITY  
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 9月29日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3078675

|        |             |
|--------|-------------|
| 【書類名】  | 特許願         |
| 【整理番号】 | C02056      |
| 【提出日】  | 平成11年 8月27日 |
| 【あて先】  | 特許庁長官殿      |

---

|           |  |
|-----------|--|
| 【国際特許分類】  | H01M 2/02                                |
| 【発明の名称】   | 積層体および製造方法                               |
| 【請求項の数】   | 9  |
| 【発明者】     |  |
| 【住所又は居所】  | 千葉県市原市千種海岸3番地 三井化学株式会社内                  |
| 【氏名】      | 沢田 有史                                    |
| 【発明者】     |  |
| 【住所又は居所】  | 東京都千代田区霞が関三丁目2番5号 三井化学株式会社内              |
| 【氏名】      | 中嶋 靖                                     |
| 【特許出願人】   |  |
| 【識別番号】    | 000005887                                |
| 【氏名又は名称】  | 三井化学株式会社                                 |
| 【代理人】     |  |
| 【識別番号】    | 100067839                                |
| 【住所又は居所】  | 東京都港区西新橋3丁目15番8号 西新橋中央ビル5<br>03号 柳原特許事務所 |
| 【弁理士】     |  |
| 【氏名又は名称】  | 柳原 成                                     |
| 【電話番号】    | 03-3436-4700                             |
| 【手数料の表示】  |  |
| 【予納台帳番号】  | 004477                                   |
| 【納付金額】    | 21,000円                                  |
| 【提出物件の目録】 |  |
| 【物件名】     | 明細書 1                                    |

【物件名】            要約書    1

【包括委任状番号】   9706391

【プルーフの要否】    要

---

【書類名】 明細書

【発明の名称】 積層体および製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 金属層と、

金属層の表面に形成された表面処理層と、  
表面処理層上に形成されたカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂層と  
を含む積層体。

【請求項 2】 金属層と、

金属層の表面に形成された表面処理層と、  
表面処理層上に形成されたプライマー層と、  
プライマー層上に積層されたカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂層と  
を含む積層体。

【請求項 3】 金属層がアルミニウム、ニッケル、銅、鉄およびこれらの合金から選ばれる 1 種以上のものである請求項 1 または 2 の積層体。

【請求項 4】 表面処理層が化成処理層である請求項 1 ないし 3 のいずれかの積層体。

【請求項 5】 プライマー層がエポキシ系、ウレタン系、エポキシウレタン系、イミン系、チタネート系、ポリエステル系またはシラン系の熱硬化型プライマーである請求項 1 ないし 4 のいずれかの積層体。

【請求項 6】 接着性樹脂がポリオレフィン樹脂にエチレン性不飽和カルボン酸がグラフト共重合したグラフト変性ポリオレフィン樹脂である請求項 1 ないし 5 のいずれかの積層体。

【請求項 7】 グラフト変性ポリオレフィン樹脂がグラフト変性ポリエチレン樹脂またはグラフト変性ポリプロピレン樹脂である請求項 6 の積層体。

【請求項 8】 金属層の表面に表面処理層を形成し、表面処理層上にカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂を積層する積層体の製造方法。

【請求項 9】 金属層の表面に表面処理層を形成し、表面処理層上にプライ

マー層を形成し、プライマー層上にカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂を積層する積層体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は金属と接着性樹脂を積層した積層体、特に電池の封止フィルム、電極部の保護フィルム等として好適な積層体およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

非水電解質電池を構成する正極、負極、電解液等を封入し、正極と負極のリード線を夫々外部に取り出し、これらのリード線をも封入するための封入袋として、アルミニウム箔等の金属箔や金属蒸着層がサンドイッチ状に挿入されたプラスチックとの貼り合わせ材料が用いられている。このような封入袋は少なくとも内側の電解液と接するプラスチックは電解質に溶解しないことが必要であり、封入袋の最内層にマレイン酸変性ポリオレフィン樹脂を使用し、ヒートシール部をこのマレイン酸変性ポリオレフィン樹脂で構成することにより、密封信頼性を顕著に向上させた封入袋が提案されている（特開平9-283101号）。

【0003】

マレイン酸変性ポリオレフィン樹脂は金属との接着性に優れるとともにヒートシール性に優れるため、一般的には接着性樹脂として使用されている。しかし上記のような電池の封止フィルムとして使用すると、マレイン酸変性ポリオレフィンは金属との積層直後には優れた接着力を示すが電解液と接触した状態を続けると層間剥離を生じ、封止フィルムとして使用することができない。

【0004】

電池の非水電解質は非極性有機溶媒に塩が溶解したものである。これらの非極性有機溶媒および塩はマレイン酸により極性を付与されたマレイン酸変性ポリオレフィン樹脂との親和性を有するため、これらがマレイン酸変性ポリオレフィン層を浸透して金属層に至り金属と反応することにより層間剥離が生じるものと推

測されるが、従来の積層体はこのような層間剥離を防止できないという問題点がある。また金属である正極部、負極部も接触によるショートの可能性があるので、保護フィルムを貼りつける必要があるが、封入フィルムと同様の理由で保護フィルムが剥離現象を生じる問題がある。

【 0 0 0 5 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、上記の問題点を解決するため、金属層と接着性樹脂層の接着力に優れるとともに非極性有機溶媒または塩に対する耐久力に優れ、非水電解質等と接触しても層間剥離を生じることがなく、非水電解質の封止フィルムおよび電極部の保護フィルムとして利用することが可能な積層体、ならびにその効率的な製造方法を提案することである。

【 0 0 0 6 】

【課題を解決するための手段】

本発明は次の積層体およびその製造方法である。

(1) 金属層と、  
金属層の表面に形成された表面処理層と、  
表面処理層上に形成されたカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂層と  
を含む積層体。

(2) 金属層と、  
金属層の表面に形成された表面処理層と、  
表面処理層上に形成されたプライマー層と、  
プライマー層上に積層されたカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂層と  
を含む積層体。

(3) 金属層がアルミニウム、ニッケル、銅、鉄およびこれらの合金から選ばれる 1 種以上のものである上記 (1) または (2) の積層体。

(4) 表面処理層が化成処理層である上記 (1) ないし (3) のいずれかの積層体。

(5) プライマー層がエポキシ系、ウレタン系、エポキシウレタン系、イミン系、チタネート系、ポリエステル系またはシラン系の熱硬化型プライマーである上記(1)ないし(4)のいずれかの積層体。

(6) 接着性樹脂がポリオレフィン樹脂にエチレン性不飽和カルボン酸がグラフト共重合したグラフト変性ポリオレフィン樹脂である上記(1)ないし(5)のいずれかの積層体。

(7) グラフト変性ポリオレフィン樹脂がグラフト変性ポリエチレン樹脂またはグラフト変性ポリプロピレン樹脂である上記(6)の積層体。

(8) 金属層の表面に表面処理層を形成し、表面処理層上にカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂を積層する積層体の製造方法。

(9) 金属層の表面に表面処理層を形成し、表面処理層上にプライマー層を形成し、プライマー層上にカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂を積層する積層体の製造方法。

#### 【0007】

本発明において金属層としては、アルミニウム、ニッケル、銅、鉄、その他の単体金属、あるいはこれらの合金など、従来より接着性樹脂との積層体に用いられていた金属の箔、シート、板等の材料が使用できる。

#### 【0008】

金属層の表面に形成する表面処理層は、金属表面に不活性保護被膜を形成するための表面処理により形成される被膜層であり、クロム酸、リン酸等の酸による化成処理層、陽極酸化法による酸化膜層などがあげられる。この中では作業の簡便性、性能コストの点からクロム酸、リン酸等による化成処理が好ましい。

#### 【0009】

クロム酸、リン酸等による化成処理は、0.05～5重量%の3価クロムを含むクロム酸(塩)および/またはpH2～4のリン酸(塩)を含む化成処理液にアルミニウム等の金属を浸漬し、23～80℃で1秒～5分間処理することにより、クロム酸を含む化成処理膜を形成する。この中ではクロム酸(塩)およびリン酸(塩)を含む化成処理液で処理するのが好ましい。

陽極酸化の場合は、電解液(硫酸5～25重量%、硫酸アルミニウム1～5g

／1) を 1 5 ～ 2 5 ℃ に保ち、アルミニウム等の金属を浸漬して直流 1 5 ～ 2 0 V で 1 ～ 5 分間処理することにより、不動態被膜を形成する。

#### 【 0 0 1 0 】

上記の表面処理層の上に形成するプライマー層は、通常の金属表面の塗装の下地塗装に使用されるプライマーが使用される。このようなプライマーとしてはエポキシ系、ウレタン系、エポキシウレタン系、イミン系、チタネート系、ポリエステル系、シラン系等の熱硬化型プライマーが使用できる。この中ではエポキシ系プライマーが金属層とカルボン酸基含有ポリオレフィン樹脂層との接着性および耐久性がウレタン系その他のプライマーよりも優れるため好ましい。

#### 【 0 0 1 1 】

これらのプライマーは市販品が使用できる。市販品のエポキシ系プライマーとして、日本ペイント（株）製デュフロン K 3 0 0、オルガプラサフ 3 0 N C、油化シェル（株）製エポメート B 0 0 2、エピコート 8 2 8、川上塗料（株）製エトン 2 1 0 0 E、ウレタン系プライマーとして日本ポリウレタン工業（株）製、コロネート L、ニッポラン 1 1 0 0、タケダ薬品（株）製 A - 3 1 0、A - 3、イミン系プライマーとして日本触媒化学工業（株）製 P - 1 0 0 0（いずれも商標）があげられるが、これらに限定されない。

#### 【 0 0 1 2 】

これらのプライマーによるプライマー層の形成はそれぞれのプライマーを構成する主剤と硬化剤を適当な溶媒に溶解して金属層の表面処理層上に塗布し、それぞれの硬化剤の硬化温度に加熱し、必要により加圧して硬化させプライマー層を形成する。

#### 【 0 0 1 3 】

本発明において接着性樹脂として使用するカルボン酸基含有ポリオレフィンは、好ましくは少なくとも 1 つの重合可能なエチレン性不飽和カルボン酸またはその誘導体を、変性前のポリオレフィンにグラフト反応により共重合したグラフト変性ポリオレフィン（以下、単にポリオレフィンという場合がある）である。変性前のポリオレフィンとしてはポリプロピレン、ポリエチレンなどのポリオレフィンがあげられる。この中では特にポリプロピレンが耐熱性の点から好ましい。



## 【0014】

上記ポリプロピレンとしては、プロピレンの単独重合体、プロピレンと通常20モル%以下の炭素数2以上のプロピレン以外の $\alpha$ -オレフィンとの共重合体、プロピレンとエチレン性不飽和カルボン酸またはその誘導体との共重合体などがあげられる。上記ポリエチレンとしては、エチレンの単独重合体、エチレンと通常20モル%以下の炭素数3以上の $\alpha$ -オレフィンとの共重合体、エチレンとエチレン性不飽和カルボン酸またはその誘導体との共重合体などがあげられる。共重合体の場合、ランダム共重合体であっても、ブロック共重合体であってもよい。プロピレンまたはエチレンと共重合する上記エチレン性不飽和カルボン酸またはその誘導体としては、後述するエチレン性不飽和カルボン酸またはその誘導体と同じものが使用できる。変性前のポリオレフィン樹脂としては、プロピレンの単独重合体、プロピレンと $\alpha$ -オレフィンとの共重合体、エチレンの単独重合体、およびエチレンと $\alpha$ -オレフィンとの共重合体が好ましい。これらは1種単独で使用することもできるし、2種以上を組み合わせることもできる。

## 【0015】

変性ポリオレフィン樹脂において、エチレン性不飽和カルボン酸またはその誘導体の変性ポリオレフィン樹脂全体に占めるグラフト量（グラフト率）は0.001～1重量%、好ましくは0.01～0.6重量%であるのが望ましい。

## 【0016】

変性前のポリオレフィンにグラフト重合する重合可能なエチレン性不飽和カルボン酸またはその誘導体としては、例えばアクリル酸、メタアクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、シトラコン酸、メサコン酸、無水マレイン酸、4-メチルシクロヘキセ-4-エン-1,2-ジカルボン酸無水物、ビスクロ(2,2,2)オクト-5-エン-2,3-ジカルボン酸無水物、1,2,3,4,5,8,9,10-オクタヒドロナフタレン-2,3-ジカルボン酸無水物、2-オクタ-1,3-ジケトスピロ(4,4)ノン-7-エン、ビスクロ(2,2,1)ヘプト-5-エン-2,3-ジカルボン酸無水物、マレオピマル酸、テトラヒドロフタル酸無水物、 $\alpha$ -メチル-ビスクロ(2,2,1)ヘプト-5-エン-2,3-ジカルボン酸無水物、 $\alpha$ -メチル-ノルボルネン-5-エン-2,3-ジカル

ボン酸無水物、ノルボルン-5-エン-2, 3-ジカルボン酸無水物などをあげることができる。好ましくは無水マレイン酸が使用される。これらは単独で、あるいは2種以上混合して使用することができる。

#### 【0017】

エチレン性不飽和カルボン酸またはその誘導体から選ばれるグラフトモノマーを変性前のポリオレフィンにグラフトさせるには、従来公知の種々の方法を採用することができる。例えば、ポリオレフィン樹脂を溶融し、そこにグラフトモノマーを添加してグラフト反応させる方法、またはポリオレフィンを溶媒に溶解して溶液とし、そこにグラフトモノマーを添加してグラフト反応させる方法などがあげられる。いずれの場合にも前記グラフトモノマーを効率よくグラフト共重合させるためには、ラジカル開始剤の存在下にグラフト反応を実施することが好ましい。グラフト反応は、通常60～350℃の条件で行われる。ラジカル開始剤の使用割合は変性前のポリオレフィン樹脂100重量部に対して、通常0.001～1重量部の範囲である。

#### 【0018】

ラジカル開始剤としては、有機ペルオキシドが好ましく、例えばベンゾイルペルオキシド、ジクロロベンゾイルペルオキシド、ジクミルペルオキシド、ジ-tert-ブチルペルオキシド、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(ペルオキシドベンゾエート)ヘキシン-3, 1, 4-ビス(tert-ブチルペルオキシイソプロピル)ベンゼン、ラウロイルペルオキシド、tert-ブチルペルアセテート、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(tert-ブチルペルオキシ)ヘキシン-3, 2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(tert-ブチルペルオキシ)ヘキサン、tert-ブチルペルベンゾエート、tert-ブチルペルフェニルアセテート、tert-ブチルペルイソブチレート、tert-ブチルペルsec-オクトエート、tert-ブチルペルピバレート、クミルペルピバレートおよびtert-ブチルペルジエチルアセテートなどがあげられる。その他アゾ化合物、例えばアゾビスイソブチロニトリル、ジメチルアゾイソブチレートなどを用いることもできる。

#### 【0019】

これらラジカル開始剤は、グラフト反応のプロセスにより最適なものが選定されるべきであるが、通常ジクミルペルオキシド、ジ-tert-ブチルペルオキシド、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(tert-ブチルペルオキシ)ヘキシン-3, 2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(tert-ブチルペルオキシ)ヘキサン、1, 4-ビス(tert-ブチルペルオキシイソプロピル)ベンゼン等のジアルキルペルオキシドが好ましく用いられる。

【0020】

上記のカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂は、フィルムまたはシート状に成形して接着性樹脂層が形成される。成形方法は押出成形、インフレーション成形など公知の成形方法が採用できる。

【0021】

本発明の積層体は、前記の金属層の表面に表面処理を施して表面処理層を形成し、表面処理層上にカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂を積層するか、あるいは表面処理層上にプライマーを塗布してプライマー層を形成し、さらにプライマー層上にカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂層を積層して製造することができる。プライマー層を形成する際、加熱硬化させた後、接着性樹脂層を積層して加熱により融着するのが好ましいが、プライマーの塗布後硬化前に接着性樹脂層を積層し、融着の際の熱を利用して硬化を行ってもよい。

【0022】

上記により製造される本発明の積層体は、金属層／表面処理層／接着性樹脂層または金属層／表面処理層／プライマー層／接着性樹脂層の構成となっており、プライマー層の存在により金属層（表面処理層）と接着性樹脂層との接着性が高くなる。そして表面処理層の存在により接着性樹脂層側に非水電解液が接する場合に、金属層とプライマー層の界面が非水電解液により剥離するのが防止される。

【0023】

本発明の積層体は金属層の反対側に、ポリエチレン、ポリプロピレン等のポリオレフィン樹脂、ポリエチレンテレフタレート等のポリエステルなどの1種又は

数種の基材樹脂からなる1層または複層の基材樹脂層を積層することができる。  
この場合の層構成は、基材樹脂層／金属層／表面処理層／接着性樹脂層または基材樹脂層／金属層／表面処理層／プライマー層／接着性樹脂層となる。

## 【0024】

本発明の積層体は、接着性樹脂層側に極性有機溶媒および／または塩類等と接触させて使用される。特に極性有機溶媒および塩を含む非水電解質と接触させる状態で使用することにより、非水電解質電池、固体電池等の電池用封止フィルムとして使用することができる。この場合、接着性樹脂層側が対向するように折り重ねてヒートシールすることにより、電池用封止袋として使用することができる。接着性樹脂層はヒートシール性に優れるため、非水電解質の漏洩を防止し、電池として長期使用が可能になる。

## 【0025】

上記の極性有機溶媒としては非プロトン性の極性溶媒例えばアルキルカーボネート、エステル、ケトンなどがあげられる。具体的には、エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ブチレンカーボネート、ジメチルカーボネート、エチルメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、 $\gamma$ -ブチロラクトン、1,2-ジメトキシエタン、テトラヒドロフラン、2-メチルテトラヒドロフラン、1,3-ジオキシオレン、4-メチル-1,3-ジオキソメチルフォーマート、メチルアセテート、メチルプロピオネートなどがあげられる。

## 【0026】

塩としては、リチウム塩、ナトリウム塩、カルシウム塩等のアルカリ金属塩があげられる。電池用としては $\text{LiPF}_4$ 、 $\text{LiBF}_4$ 、 $\text{Li}$ -イミド等のリチウム塩が多く使用される。

非水電解質は環状炭酸エステル、鎖状炭酸エステル、それらの混合物等の非プロトン性極性有機溶媒に上記のアルカリ金属塩が0.5～3 mmol溶解したものである。

## 【0027】

本発明の積層体は上記の極性溶媒および／または塩類、特にそれらの混合物である非水電解質と接触する状態で使用しても金属層、表面処理層、プライマー層

、接着性樹脂層の層間剥離を生じることなく、長期にわたって使用することができる。

【0028】

#### 【発明の効果】

以上の通り、本発明によれば、金属層に表面処理層を形成し、その表面にプライマー層を介して接着性樹脂層を積層したので金属層と接着性樹脂層の接着性に優れるとともに非極性有機溶媒または塩に対する耐久性に優れ、非水電解質等と接触しても層間剥離を生じることがなく非水電解質の封止フィルムとして利用することができる。

【0029】

#### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施例について説明する。各例中、%は重量%を示す。

【0030】

#### 実施例 1

##### （試験片の作成）

アルミニウム板（JIS-H419、 $140 \times 60 \times 0.2$  mm）を、表面処理剤として純水中にリン酸-クロム酸化処理液（3価クロム濃度で0.24%になるように調整した液体）中に浸漬した後に水洗し、 $100^{\circ}\text{C}$ のエアオーブン中で20分間乾燥し、アルミニウム板処理サンプルAを作成した。

アルミニウム板処理サンプルAに接着性樹脂としてマレイン酸変性ポリプロピレン樹脂（MFR=3、マレイン酸含有率：0.15%、フィルム厚さ $50\mu\text{m}$ ）を重ねてプレス接着（予熱 $180^{\circ}\text{C} \times 3$ 分、加圧 $180^{\circ}\text{C} \times 1$ 分、 $6\text{kg}/\text{cm}^2$ 圧、冷却 $15^{\circ}\text{C} \times 3$ 分、 $5\text{kg}/\text{cm}^2$ ）を行った。このときの対アルミニウム接着力を評価したところ、接着力は $8.0\text{N}/15\text{mm}$ であった。

剥離条件：15mm幅、180度ピール、 $50\text{mm}/\text{min}$ （15mm幅の積層体を180度の方向に $15\text{mm}/\text{min}$ の剥離速度で剥離・・・以下同じ）

【0031】

#### 耐久浸漬試験

1 liter容量の円筒のステンレス鋼缶中に、エチレンカーボネートを30%、

メチルエチルカーボネートを55%、 $\text{LiPF}_6$ を15%に調整した電解液を注ぎ、その後上記の試験片を浸漬した。その後フタをし、液が漏れないように完全にシールし、80℃恒温槽で加温状態で10日間放置した。その後、室温までステンレス鋼缶が冷却した後に開封し、サンプルを取り出し電解液を十分洗い落とした。このときの対アルミニウム接着力を評価したところ、接着力は4.5N/15mmであった。

剥離条件：180度ピール、50mm/min

【0032】

#### 実施例2

実施例1において表面処理を行った後、エポキシ系プライマーとして日本ペイント製：デュフロンK300（商標）を塗布し、前処理として170℃×15分間オープン内で加熱を加えたアルミニウム板処理サンプルBを作成し、実施例1と同様にして接着力を評価したところ、浸漬前後とも剥離不能（接着性樹脂が母材破棄）であった。

【0033】

#### 実施例3

エポキシ系プライマーとして日本ペイント製：オルガブラサフ 30NC（商標）を使用した以外は実施例2と同様に試験を実施した。結果を表1に示す。

【0034】

#### 実施例4

エポキシ系プライマーとして油化シェル製：エポメートB002/エピコート828（商標）を使用し、前処理として180℃×10分で加熱した以外は実施例2と同様に試験を実施した。結果を表1に示す。

【0035】

#### 実施例5

エポキシ系プライマーとして川上塗料製：エトン2100E（商標）を使用し、前処理として120℃×20分で加熱した以外は実施例2と同様に試験を実施した。結果を表1に示す。

【0036】

## 実施例 6

接着性樹脂フィルムとしてマレイン酸変性ポリプロピレン (MFR=7、マレイン酸含有率: 0.15%) を使用した以外は実施例 2 と同様に試験を実施した。結果を表 1 に示す。

【0037】

## 実施例 7

接着性樹脂フィルムとしてマレイン酸変性ポリエチレン (MFR=1.0、マレイン酸含有率: 0.11%) を使用した以外は実施例 2 と同様に試験を実施した。結果を表 1 に示す。

【0038】

## 実施例 8

接着性樹脂フィルムとしてマレイン酸変性ポリエチレン (MFR=2.9、マレイン酸含有率: 0.18%) を使用した以外は実施例 2 と同様に試験を実施した。結果を表 1 に示す。

【0039】

## 実施例 9

ウレタン系プライマーとして日本ポリウレタン工業製: コロネート L/ニッポラン 1100 (商標) を使用し、前処理として 80℃×5 分で加熱した以外は実施例 2 と同様に試験を実施した。結果を表 1 に示す。

【0040】

## 実施例 10

ウレタン系プライマーとしてタケダ薬品 (株) 製: A-310/A-3 (商標) を使用し、前処理として 80℃×5 分で加熱した以外は実施例 2 と同様に試験を実施した。結果を表 1 に示す。

【0041】

## 実施例 11

イミン系プライマーとして日本触媒化学工業製: P-1000 (商標) を使用し、前処理として 80℃×10 分で加熱した以外は実施例 2 と同様に試験を実施した。結果を表 1 に示す。

## 【0 0 4 2】

## 比較例 1

アルミニウム板を、トルエン溶液に浸漬して 2 0 分間超音波洗浄し、表面処理層を形成することなく、実施例 2 と同様にプライマー層および接着性樹脂層を積層して試験を実施した。結果を表 1 に示す。

## 【0 0 4 3】

## 比較例 2

アルミニウム板を、トルエン溶液に浸漬して 2 0 分間超音波洗浄し、表面処理層を形成することなく、実施例 3 と同様にプライマー層および接着性樹脂層を積層し、試験を実施した。結果を表 1 に示す。

## 【0 0 4 4】

## 比較例 3

アルミニウム板を、トルエン溶液に浸漬して 2 0 分間超音波洗浄し、表面処理層を形成することなく、実施例 4 と同様にプライマー層および接着性樹脂層を積層し、試験を実施した。結果を表 1 に示す。

## 【0 0 4 5】

## 比較例 4

アルミニウム板を、トルエン溶液に浸漬して 2 0 分間超音波洗浄し、表面処理層を形成することなく、実施例 5 と同様にプライマー層および接着性樹脂層を積層し、試験を実施した。結果を表 1 に示す。

## 【0 0 4 6】

## 比較例 5

実施例 2 と同様にアルミニウム板に表面処理をした上に、エポキシ系プライマー層を形成することなく、直接接着性樹脂フィルムを重ねてプレス接着（予熱 1 8 0℃×3 分、加圧 1 8 0℃×1 分、6 k g / c m<sup>2</sup> 圧、冷却 1 5℃×3 分、5 k g / c m<sup>2</sup> 圧）を行った以外は実施例 2 と同様に試験を実施した。結果を表 1 に示す。

## 【0 0 4 7】



【表 1】

表 1

|         | 接着力 (N / 1 5 m m) |        |
|---------|-------------------|--------|
|         |                   |        |
|         | 浸漬前               | 浸漬後    |
| 実施例 1   | 8. 0              | 4. 5   |
| 実施例 2   | 剥離不可 (母材破壊)       | 剥離不可   |
| 実施例 3   | 剥離不可 (母材破壊)       | 剥離不可   |
| 実施例 4   | 剥離不可 (母材破壊)       | 3. 3   |
| 実施例 5   | 剥離不可 (母材破壊)       | 6. 8   |
| 実施例 6   | 剥離不可 (母材破壊)       | 剥離不可   |
| 実施例 7   | 1 1. 2            | 1 0. 5 |
| 実施例 8   | 1 1               | 8. 8   |
| 実施例 9   | 1 0. 8            | 5. 6   |
| 実施例 1 0 | 9. 6              | 4. 5   |
| 実施例 1 1 | 5. 8              | 1. 2   |
| 比較例 1   | 剥離不可 (母材破壊)       | 0 (剥離) |
| 比較例 2   | 剥離不可 (母材破壊)       | 0 (剥離) |
| 比較例 3   | 剥離不可 (母材破壊)       | 0 (剥離) |
| 比較例 4   | 剥離不可 (母材破壊)       | 0 (剥離) |
| 比較例 5   | 剥離不可 (母材破壊)       | 0 (剥離) |

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 金属層と接着樹脂層の接着力に優れるとともに非極性有機溶媒または塩に対する耐久力に優れ、非水電解質等と接触しても層間剥離を生じることがなく非水電解質の封止フィルム、電極部の保護フィルムなどとして利用することが可能な積層体、ならびにその効率的な製造方法を提案する。

【解決手段】 金属層と金属層の表面に形成された表面処理層と化成被膜層上に形成されたプライマー層とプライマー層上に積層されたカルボン酸基含有ポリオレフィンからなる接着性樹脂層とを含む積層体。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

---

識別番号 [ 0 0 0 0 0 5 8 8 7 ]

1. 変更年月日 1 9 9 7 年 1 0 月 1 日  
[変更理由] 名称変更  
住 所 東京都千代田区霞が関三丁目 2 番 5 号  
氏 名 三井化学株式会社

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**